

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-351928

(P2000-351928A)

(43)公開日 平成12年12月19日(2000.12.19)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テマコード\*(参考)

C 0 9 D 11/00

C 0 9 D 11/00

B 4 1 J 2/01

B 4 1 M 5/00

E

B 4 1 M 5/00

B 4 1 J 3/04

1 0 1 Y

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 10 頁)

(21)出願番号 特願2000-128965(P2000-128965)

(22)出願日 平成12年4月25日(2000.4.25)

(31)優先権主張番号 09/300829

(32)優先日 平成11年4月27日(1999.4.27)

(33)優先権主張国 米国 (U S)

(71)出願人 590000846

イーストマン コダック カンパニー  
アメリカ合衆国, ニューヨーク14650, ロ  
チェスター, ステイト ストリート343

(72)発明者 デビッド アーディトマン

アメリカ合衆国, ニューヨーク 14618,  
ロチェスター, ウェストランド アベニュー  
119

(74)代理人 100077517

弁理士 石田 敬 (外5名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 カラープリント用カラーインクジェットインクセット

(57)【要約】

【課題】 優れた色範囲及び耐光堅牢性の両者を示す4種類以上の着色剤 (CMYK) を含むインクセットを提供することである。

【解決手段】 (a) キャリヤー及びシアン着色剤として架橋アルミニウムフタロシアニン顔料を含む第一インク; (b) キャリヤー及びマゼンタ着色剤としてキナクリドン顔料を含む第二インク; (c) キャリヤー及びイエロー着色剤として非ベンジジンイエロー顔料を含む第三インク; 並びに (d) キャリヤー及び (i) ナフトールAS、β-ナフトール、ジケトピロローピロール又はジスアゾピラゾロン顔料を含むオレンジ着色剤; (ii) 銅フタロシアニングリーンもしくはトリアリールカルボニウム顔料; 又は (iii) キナクリドン、トリアリールカルボニウム、ベンゾイミダゾロンもしくはジオキサジン顔料である着色剤を含んでなるカラープリント用カラージェットインクセット。

(2)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) キャリヤー及びシアン着色剤として架橋アルミニウムフタロシアニン顔料を含む第一インク；

(b) キャリヤー及びマゼンタ着色剤としてキナクリドン顔料を含む第二インク；

(c) キャリヤー及びイエロー着色剤として非ベンジジンイエロー顔料を含む第三インク；並びに

(d) キャリヤー及び

(i) ナフトールAS、 $\beta$ -ナフトール、ジケトピロローピロールもしくはジスアゾピラゾロン顔料を含むオレンジ着色剤；

(ii) 銅フタロシアニングリーンもしくはトリアリールカルボニウム顔料を含むグリーン着色剤；又は

(iii) キナクリドン、トリアリールカルボニウム、ベンゾイミダゾロンもしくはジオキサジン顔料を含むバイオレット着色剤

である着色剤

を含む少なくとも1種の追加のインク

を含んでなるカラープリント用カラーインクジェットインクセット。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、インクジェットプリントの分野、特にカラープリントの分野に関する。インクジェットプリントは、デジタル信号に応じて画像記録要素にピクセルバイピクセル方式でインク液滴を付着させることによる、非衝撃画像形成方法である。画像記録要素上へのインク液滴の付着を制御して所望画像を形成するために各種方法を用いることができる。連続インクジェットとして知られている方法では、画像記録要素の表面上に液滴の連続流を像様にチャージし且つ偏在させ、一方、画像化されない液滴を捉えてインク溜に返還する。ドロップーオンーダイヤモンド・インクジェットとして知られている別法では、個々のインク液滴を必要に応じて画像記録要素上に投射して所望画像を形成する。ドロップーオンーダイヤモンド・プリントにおけるインク液滴の投射を制御する通常の方法としては、圧電変換器及び感熱バブル形成が挙げられる。インクジェットプリンターは、工業的ラベリングからデスクトップドキュメントへの短時間プリント及びピクトリアル画像形成までの広範な市場に用途がある。

## 【0002】

【従来の技術】米国特許第5,738,716号は、架橋アルミニウムフタロシアニン顔料、顔料レッド122、顔料イエロー74及び顔料ブラック7を含むカラー顔料含有インクジェットインクセットに関連する。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】米国特許第5,738,716号には、優れた色範囲及び耐光堅牢性の両者

2

を示す4種類以上の着色剤(CMYK)を含むインクセットに対するニーズが存在するという課題を述べている。本発明の目的は、優れた色範囲(color gamut；色再現域)及び耐光堅牢性の両者を示すカラープリント用インクジェットインクセットを提供することである。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】これらの及び他の目的は、

(a) キャリヤー及びシアン着色剤として架橋アルミニウムフタロシアニン顔料を含む第一インク；

(b) キャリヤー及びマゼンタ着色剤としてキナクリドン顔料を含む第二インク；

(c) キャリヤー及びイエロー着色剤として非ベンジジンイエロー顔料を含む第三インク；並びに

(d) キャリヤー及び

(i) ナフトールAS、 $\beta$ -ナフトール、ジケトピロローピロールもしくはジスアゾピラゾロン顔料を含むオレンジ着色剤；

(ii) 銅フタロシアニングリーンもしくはトリアリールカルボニウム顔料を含むグリーン着色剤；又は

(iii) キナクリドン、トリアリールカルボニウム、ベンゾイミダゾロンもしくはジオキサジン顔料を含むバイオレット着色剤

である着色剤を含む少なくとも1種の追加のインクを含んでなるカラープリント用カラーインクジェットインクセットにより達成される。

【0005】このカラーインクジェットインクセットでは、ピクトリアル画像形成に適した色範囲及び極めて優れた耐光堅牢性が得られる。顔料ブラック7を添加してこのインクセットの使用可能な色範囲をさらに広げることができる。顔料は、顔料ナンバーにより引用するが、Color Indexにより定められたナンバーである。

【0006】本発明インクは、4色、5色、6色又は7色のインクジェットプリンター、例えば、シアン、マゼンタ、イエロー及びオレンジ(CMYO4色プリンター)；シアン、マゼンタ、イエロー、ブラック及びオレンジ(CMYKO5色プリンター)；シアン、マゼンタ、イエロー、ブラック、オレンジ及びグリーン(CMYKOG6色プリンター)；又はシアン、マゼンタ、イエロー、ブラック、オレンジ、グリーン及びバイオレット(CMYKOGV7色プリンター)をプリントできるプリントカートリッジを含有するプリンターで使用することを意図している。

【0007】本発明に有用な架橋アルミニウムフタロシアニン顔料は、米国特許第4,311,775号に記載されている。これらの顔料は、一般に以下の式により表される：

## 【0008】

(3)

3

【化1】



又は



【0009】(式中、Pcは置換もしくは非置換のフタロシアニン環を表し、Rはアルキル基、アリール基又はアラルキル基を表し、nは0~4の整数である)。有用なシロキサン-架橋アルミニウムフタロシアニンはビス(フタロシアニルアルミノ)-テトラフェニルジシロキサン(Pcは非置換であり、Rはフェニルであり、nは2である)である。

【0010】好ましい態様では、シアン架橋アルミニウムフタロシアニン顔料は、ビス(フタロシアニルアルミノ)テトラフェニルジシロキサンである。別の好ましい態様では、シアン着色剤は、ビス(フタロシアニルアルミノ)テトラフェニルジシロキサンと、(a)銅フタロシアニン、又は(b)ヒドロキシアリミニウムフタロシアニン、又は(c)銅フタロシアニン及びヒドロキシアリミニウムフタロシアニンの両者のいずれかとの混合物である。

【0011】本発明の別の好ましい態様では、キナクリドン顔料は、顔料レッド122である。本発明に有用な非ベンジジンイエロー顔料としては、顔料イエロー74、97、138、139、151、154、155、185、180又はこれらの混合物である。好ましい態様では、イエロー顔料は顔料イエロー74又は顔料イエロー155である。

【0012】本発明の好ましい態様では、オレンジ着色剤は、β-ナフトール顔料又はナフトールAS顔料を含む。本発明に有用なオレンジ着色剤としては、顔料オレンジ5、顔料レッド17、顔料レッド188、顔料オレンジ62、顔料レッド112、顔料レッド255、顔料レッド264及び顔料レッド49:2、並びにそれらの混合物が挙げられる。

【0013】本発明の好ましい態様では、グリーン着色剤は、銅フタロシアニングリーン顔料を含む。本発明に有用なグリーン着色剤としては、顔料グリーン1、顔料グリーン2、顔料グリーン7及び顔料グリーン36、並びにそれらの混合物が挙げられる。本発明の好ましい態様では、バイオレット着色剤は、キナクリドン又はベンゾイミダゾロン顔料を含む。本発明に有用なバイオレット着色剤としては、顔料バイオレット19、顔料バイオレット3、顔料バイオレット32及び顔料バイオレット23、並びにそれらの混合物が挙げられる。

【0014】本発明に有用な好ましい5色インクセットは、顔料ブラック7、顔料レッド122、顔料イエロー74、ビス(フタロシアニルアルミノ)テトラフェニルジシロキサン及び顔料オレンジ5を含む。本発明に有用な好ましい6色顔料含有インクセットは、顔料ブラック

4

7、顔料レッド122、顔料イエロー74、ビス(フタロシアニルアルミノ)テトラフェニルジシロキサン、顔料オレンジ5及び顔料グリーン36を含む。別の好ましい6色顔料含有インクセットは、顔料ブラック7、顔料レッド122、顔料イエロー74、ビス(フタロシアニルアルミノ)テトラフェニルジシロキサン、顔料レッド188及び顔料グリーン36を含む。

【0015】本発明に有用な好ましい7色顔料含有インクセットは、顔料ブラック7、顔料レッド122、顔料イエロー74、ビス(フタロシアニルアルミノ)テトラフェニルジシロキサン、顔料オレンジ5、顔料グリーン36及び顔料バイオレット3を含む。別の好ましい7色顔料含有インクセットは、顔料ブラック7、顔料レッド122、顔料イエロー74、ビス(フタロシアニルアルミノ)テトラフェニルジシロキサン、顔料レッド188、顔料グリーン36及び顔料バイオレット3を含む。

【0016】顔料からインクを製造する方法は、通常以下の2工程を含む：(a)顔料を一次粒子まで細砕するための分散もしくは粉碎工程及び(b)分散した顔料濃縮物をキャリアー及び他の添加物で希釈して使用強度インクにする希釈工程。通常、粉碎工程で、硬い不活性の粉碎媒体と共にキャリアー(典型的に仕上げインク中のキャリアーと同一のもの)中に顔料を懸濁させる。機械的エネルギーをこの顔料分散体に加え、その後粉碎媒体と顔料間の摩擦により顔料を解凝集してその一次粒子とする。通常、分散剤もしくは安定剤又はそれら両者を顔料分散体に添加して原料顔料の解凝集を容易にし、コロイド状粒子の安定性を維持し、粒子の再凝集及び沈降を遅らせる。

【0017】粉碎媒体として使用できる多くの各種タイプの材料、例えば、ガラス、セラミックス、金属及びプラスチックがある。有用な態様では、粉碎媒体は、粒子、好ましくは形状が実質的に球形の、例えば、ポリマー樹脂から本質的になるビーズを含むことができる。一般に、粉碎媒体として用いるのに適切なポリマー樹脂は、化学的及び物理的に不活性であり、実質的に金属、溶剤及びモノマーを含まず、粉碎中にそれらがチップになるか又は圧潰されないように十分に硬度及び脆砕性を有するものである。適切なポリマー樹脂としては、架橋ポリスチレン、例えば、ジビニルベンゼンで架橋されたポリスチレン、スチレンコポリマー、ポリアクリレート、例えば、ポリ(メチルメチルアクリレート)、ポリカーボネート、ポリアセタール、例えば、Derlin(登録商標)、塩化ビニルポリマー及びコポリマー、ポリウレタン、ポリアミド、ポリ(テトラフルオロエチレン)、例えば、Teflon(登録商標)及び他のフルオロポリマー、高密度ポリエチレン、ポリプロピレン、セルロースエーテル及びエステル、例えば、セルロースアセテート、ポリ(ヒドロキシエチルメタクリレート)、ポリ(ヒドロキシエチルアクリレート)、シリコ

5

ーン含有ポリマー、例えば、ポリシロキサン等を挙げることができる。これらのポリマーは生物分解性であることができる。生物分解性ポリマーの例としては、ポリ(ラクチド)、ラクチドとグリコリドのポリ(グリコリド)コポリマー、ポリ無水物、ポリ(イミノカーボネート)、ポリ(N-アシルヒドロキシプロリン)エステル、ポリ(N-パルミトイルヒドロキシプロリン)エステル、エチレン-ビニルアセテートコポリマー、ポリ(オルトエステル)、ポリ(カプロラクトン)及びポリ(ホスファゼン)が挙げられる。これらのポリマー樹脂は、 $0.9 \sim 3.0 \text{ g/cm}^3$ の密度を有することができる。密度が高い樹脂ほど、より効果的に粒径を低下せると信じられているので特に有用である。スチレンベースの架橋又は非架橋のポリマー媒体が特に有用である。

【0018】粉碎は、任意の適切な粉碎ミル中で行う。適切なミルとしてはエアジェットミル、ローラーミル、ボールミル、アトリッターミル及びビーズミルが挙げられる。高スピードミルが特に有用である。高スピードミルとは、粉碎媒体を1秒当たり5メートルより速い速度に加速できる粉碎装置を意味する。このミルは、1個以上の羽根車を備えた回転シャフトを含むことができる。このようなミルでは、媒体に与える速度は、羽根車の周速と略等しく、1分間当たりの羽根車の回転： $\pi$ と、羽根車の直径の積である。十分な粉碎媒体速度は、例えば、直径40mmのCowles-タイプの鋸歯状羽根車が9,000回転/分で作動した際に得られる。粉碎媒体、顔料、液状分散媒体及び分散剤の有用比は、広範囲に変動可能であるが、例えば、選ばれた特定材料並びに粉碎媒体のサイズ及び密度等に依存する。本方法は、連続法又はバッチ法で行うことができる。

#### バッチ粉碎

<100 $\mu\text{m}$ の粉碎媒体、液体、顔料及び分散剤のスラリーを単に混合することにより調製する。このスラリーを慣用の高エネルギーバッチ粉碎法、例えば、高スピードアトリッターミル、振動ミル、ボールミル等で粉碎することができる。このスラリーを一定時間粉碎して、活性材料を最低粒径まで微粉碎する。粉碎完了後、単純な篩かけ又は濾過により活性材料分散体を粉碎媒体から分離する。

#### 連続媒体再循環粉碎

<100 $\mu\text{m}$ の粉碎媒体、液体、顔料及び分散剤のスラリーを、保持容器から、>100 $\mu\text{m}$ に調整された媒体分離スクリーンを有する慣用の媒体ミルを介して連続的に再循環させて、回路中に媒体が自由に通過できるようにする。粉碎完了後、単純な篩かけ又は濾過により活性材料分散体を粉碎媒体から分離する。

【0019】前記方法のいずれも、粉碎成分の有用量及び比率は特定材料及び意図する用途により広範囲に変動するであろう。粉碎混合物の内容物は、ミル粉碎物と粉

(4)

6

砕媒体である。ミル粉碎物は、顔料、分散剤及び液状キャリアー、例えば、水である。水性インクジェットインクの場合は、粉碎媒体を除いて、顔料はミル粉碎物中に通常1~50重量%存在する。顔料：分散剤の重量比は、20：1~1：2である。高スピードミルは、高攪拌装置、例えば、Morehouse-Cowles, Hockmeyer製のものである。

【0020】分散剤は、ミル粉碎物中の別の重要な成分である。水性インクジェットインク用に有用な分散剤としては、ドデシル硫酸ナトリウム、アクリル系誘導体及びスチレン-アクリルコポリマー、例えば、米国特許第5,085,698号及び米国特許第5,172,133号に記載のもの、並びにスチレン系誘導体、例えば、米国特許第4,597,794号に記載のものが挙げられる。顔料の使用可能性と関連して前記分散剤に言及している特許は、広範囲の有用な分散剤を開示している。本実施例に用いられる分散体は、ナトリウムN-メチル-N-オレオイルタウレート(taurate)(OMT)である。

【0021】粉碎時間は、広く変動することができ、選ばれた顔料、機械的手段及び滞留条件、初期粒径及び所望の最終粒径等に依存する。有用な顔料、分散剤及び前記の粉碎媒体を用いる水性粉碎のためには、粉碎時間は典型的に1~100時間の範囲である。粉碎された顔料濃縮物は、好ましくは濾過により粉碎媒体から分離する。

【0022】水性キャリアー媒体は、水、又は水と少なくとも1種類の水混和性補助-溶剤の混合物である。適切な混合物の選択は、特定用途、例えば、所望の表面張力及び粘性、選択された顔料、顔料含有インクジェットインクの乾燥時間、並びにそのインクをプリントする紙のタイプ等の要件に依存する。選択できる水混和性補助-溶剤の代表例は、(1)アルコール、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコール、sec-ブチルアルコール、t-ブチルアルコール、iso-ブチルアルコール、フルフリルアルコール及びテトラヒドロフルフリルアルコール；(2)ケトン又はケトアルコール、例えば、アセトン、メチルエチルケトン及びジアセトンアルコール；(3)エーテル、例えば、テトラヒドロフラン及びジオキサン；(4)エステル、例えば、エチルアセテート、エチルラクテート、エチレンカーボネート及びプロピレンカーボネート；(5)多価アルコール、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、グリセロール、2-メチル-2,4-ペンタンジオール、1,2,6-ヘキサントリオールおよびチオグリコール；(6)アルキレングリコールから誘導される低級アルキルモノ-又はジ-エーテル、例えば、エ

(5)

7

チレングリコールモノメチル（又は一エチル）エーテル、ジエチレングリコールモノメチル（又は一エチル）エーテル、プロピレングリコールモノメチル（一エチル）エーテル、トリエチレングリコールモノメチル（一エチル）エーテル及びジエチレングリコールジメチル（一エチル）エーテル；（7）窒素含有環状化合物、例えば、ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、及び1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノン；並びに（8）イオウ含有化合物、例えば、ジメチルスルホキシド及びテトラメチレンスルホンが挙げられる。

#### インク調製

一般に、濃縮ミル粉砕物の形態の顔料含有インクジェットインクを調製して、その後インクジェットプリント方式に使用するのに適切な濃度に希釈することが望ましい。この技法は、より大量の顔料含有インクをその装置から調製することを可能にする。ミル粉砕物を溶剤中で調製したならば、水及び場合により他の溶剤で希釈して適切な濃度にする。水中でミル粉砕物を調製したならば、さらなる水又は水混和性溶剤のいずれかで希釈して所望濃度にする。希釈により、インクを調整して所望の粘性、色、色相、飽和濃度、及び特定用途用のプリント域塗布量にする。

【0023】有機顔料の場合、インクは略30重量%までの顔料を含むことができるが、一般に大部分の感熱インクジェットプリント用途には総インク組成物の略0.1~10重量%、好ましくは略0.1~5重量%の範囲である。無機顔料を選ぶ場合は、インクは、無機顔料が一般に有機顔料より高い比重を有するので、有機顔料を用いる比較インクより高い重量%の顔料を含む傾向があり、ある場合は、略75%という高い%であってもよい。

【0024】水性キャリア媒体の量は、インクの総重量の略70~98重量%、好ましくは、略90~98重量%の範囲である。水と多価アルコール、例えば、ジエチレングリコールの混合物が水性キャリア媒体として有用である。水とジエチレングリコールの混合物の場合は、水性キャリア媒体は通常30%の水/70%のジエチレングリコール~95%の水/5%のジエチレングリコールを含有する。有用比率は、略60%の水/40%のジエチレングリコール~95%の水/5%のジエチレングリコールである。この%は水性キャリア媒体の総重量に基づくものである。

【0025】ジェット速度、液滴の分離長、液滴のサイズ及びジェット流の安定性は、一般にインクの表面張力及び粘性に大きく影響される。インクジェットプリント方式に用いるのに適切な顔料含有インクジェットインクは、 $20 \times 10^{-3} \text{N/m}$  (20ダイン/cm) ~  $60 \times 10^{-3} \text{N/m}$  (60ダイン/cm)、さらに好ましくは、 $30 \times 10^{-3} \text{N/m}$  (30ダイン/cm) ~  $50 \times 10^{-3} \text{N/m}$  (50ダイン/cm) の範囲内の表面張力

8

を有するべきである。水性インクの表面張力は、少量の界面活性剤を添加することにより制御する。界面活性剤の使用レベルは、簡単な試行錯誤の実験を行うことにより決定することができる。アニオン及びカチオンの界面活性剤は、米国特許第5, 324, 349号、米国特許第4, 156, 616号及び米国特許第5, 279, 654号に開示されているもの、並びにインクジェットインク業界において知られている多くの他の界面活性剤から選ぶことができる。市販の界面活性剤としてはAir Products社製のSurfynols（登録商標）；及びDuPont社製のZonyls（登録商標）及び3M社製のFluorads（登録商標）が挙げられる。

【0026】許容可能な粘性は、室温で $20 \times 10^{-3} \text{Pa} \cdot \text{s}$  (20センチポアズ) 以下、好ましくは $1.0 \sim 10.0$ 、好ましくは $1.0 \sim 5.0 \times 10^{-3} \text{Pa} \cdot \text{s}$  ( $1.0 \sim 10.0$ 、好ましくは $1.0 \sim 5.0$ センチポアズ) の範囲内である。インクは広範囲の射出条件、すなわち、駆動電圧及び感熱インクジェットプリント装置用のパルス幅、ドロップーオンーダイヤモンド装置又は連続装置のいずれかのための圧電要素の駆動振動数、並びにノズルの形状及びサイズと適合可能な物性を有する。

【0027】通常、他の成分もまたインクジェットインクに添加する。通常、吸湿性物質又は補助溶剤を添加して、インクがプリントヘッドのオリフィス中で乾燥したり又は砕かれたりしないように助ける。浸透剤を場合により添加して、特に基材が高度にサイジングされている場合、インクが受容体に浸透するのを助ける。殺生剤、例えば、Zeneca Colours社製のProxel（登録商標）GXLを0.05~0.5重量%の濃度で添加して、時間経過と共に発生する望ましくない微生物の成長を阻止してもよい。インクジェットインク中に場合により存在してもよい追加の添加物は、増粘剤、pH調整剤、緩衝剤、導電性高揚剤、コグーション防止剤 (anti-cogation agent)、乾燥剤及び消泡剤が挙げられる。

【0028】本発明により得られるインクジェットインクは、インクジェットプリンターのプリントヘッドの複数のノズル又はオリフィスからインク液滴を射出することにより、液状インクを制御しながらインク受容層基材に施すインクジェットプリントに用いることができる。市販のインクジェットプリンターは、インク液滴の付着を制御するために幾つかの異なるスキームを使用する。このようなスキームには一般に2つのタイプがある：連続流及びドロップーオンーダイヤモンド。

【0029】ドロップーオンーダイヤモンド方式では、例えば、デジタルデータ信号に応じて制御される圧電装置、音響装置又は感熱方式により発生する圧力により、オリフィスから直接インク受容層上の所定位置にインク

50

(6)

9

液滴を射出する。インク液滴を必要としない場合は、プリントヘッドのオリフィスを通してインク液滴が発生し射出されることはない。インクジェットプリント法及び関連するプリンターは市販されており、詳述する必要はないであろう。

【0030】本発明の5色、6色及び7色の顔料セットを含むインクジェットインクは、広く普及しているインクジェットプリント方式、例えば、感熱もしくは圧電ドロップオンーダイヤモンドプリンター及び連続インクジェットプリンターのいずれにも使用可能である。当然のことながら、具体的なインク配合物はインクジェットプリント方式のタイプにより変動するであろう。

## 例1

## ミル粉碎物

ポリマービーズ、平均直径50  $\mu$ m  
(粉碎媒体)

Black Pearls 880 (顔料ブラック7)  
(Cabot Chemical Company製)

オレオイルメチル タウリン(OMT)  
ナトリウム塩

脱イオン水

Proxel GXL (商標)

(Zeneca社製の殺生剤)

高エネルギー媒体ミル (Morehouse-Cowells Hochmeyer社製) を用いて、2Lの二重壁容器 (BYK-Gardner社製) 中で前記成分を粉碎した。ミルを室温で略8時間稼働した。4~8  $\mu$ mのKIMAX (登録商標) Buchner Funnel (VWR Scientific Products社製) を介してそのミル粉碎物を濾過することにより、分散体を粉碎媒体から分離した。1.12gの顔料を生成するために前記分散体の一部を、3.18gのジエチレングリコール、4.82gのグリセロール及び追加の脱イオン水と混合して全体を50.0gとした。このインクを3- $\mu$ mのフィルターで濾過し、次いで空のHewlett-Packard 51626Aプリントカートリッジ中に導入した。Hewlett-Packard DeskJet (登録商標) 540プリンターを用いて画像を形成した。

【0034】100%塗布量 (Dmax) を含む各種のインク濃度又はインク塗布量%のパッチである試験画像を、"Heavy Weight Photographic Quality Inkjet Paper" としてEastman Kodak Co. から販売されているインクジェット光沢紙にプリントした。これらの画像を用いて耐光堅牢性、反射スペクトル及び濃度を測定した。

【0035】耐光堅牢性は、オフィスの窓から射し込む太陽光をシミュレートするために窓ガラスでフィルターをかけた、高強度 (50 Klux) のキセノンランプで

10

\* 【0031】本発明のインクは写真品質のインクジェット紙、例えば、Eastman Kodak Company製のものと共に使用すると最も有利である。これは、本発明インクをこのタイプの紙上に付着させると光学濃度及び色範囲が高められるからである。しかしながら、これらのインクを、各種の透明及び不透明のフィルム、及び所謂ブレイン紙といわれるものにプリントすることもまた有用であろう。

【0032】以下の実施例は、本発明をさらに説明するために記載する。

## 【0033】

## 【実施例】

325.0g

30g

10.5g

209.5g

0.2g

7週間処理した前後のDmaxパッチの光学濃度を比較することにより測定した。これらの条件下での1日露光は、周囲条件下での1年露光に略対応する。結果を表1に示す。

## 例2

顔料レッド122 (Sun Chemical Corporation製のSunfast Quinacridone Pigment) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有マゼンタインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

## 例3

顔料オレンジ5 (BASF SICO (登録商標) ORANGE) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有オレンジインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

## 例4

顔料イエロー74 (Hoechst Chemical Co. 製の11-2510 Hansa (登録商標) Brilliant Tellow 5GX) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有イエローインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

## 例5

顔料レッド188 (Hoechst Corp. 製のNovaperm (登録商標) RED HF3S) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有オレンジインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

## 例6

(7)

## 11

顔料オレンジ62 (Hoechst Corp. 製のNovaperm (登録商標) Orange H5G-70) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有オレンジインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

例7

顔料レッド112 (BASF Corp. 製のSICO (登録商標) FastRed L385.5) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有オレンジインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

例8

顔料レッド49:2 (BASF Corp. 製のLithol Scarlet NBK-4451) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有オレンジインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

例9

架橋アルミニウムフタロシアニン (ビス (フタロシアニルアルミノ) テトラフェニルジシロキサン) (Eastman Kodak Co. 製) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有シアンインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

例10

顔料グリーン1 (Aztech Corp. 製のChemisperse (登録商標) CG2174) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有グリーンインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

例11

顔料グリーン2 (Aztech Corp. 製のChemisperse (登録商標) CG3080) を使用した以外は、例1と同様に、顔料含有グリーンインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

例12

顔料グリーン36 (Sun Chemical Corp. 製の464-0036) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有グリーンインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

例13

顔料バイオレット19 (Hoechst Corp. 製の

## 12

Hostaperm (登録商標) ER-02-13-7011) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有バイオレットインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

例14

顔料バイオレット3 (Aztech Corp. 製のChemisperse (登録商標) CV8030) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有バイオレットインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

10 例15

顔料バイオレット32 (Hoechst Corp. 製のBordeaux (登録商標) HF3R-13-3390) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有バイオレットインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

例16

顔料バイオレット23 (Hoechst Corp. 製のHostaperm (登録商標) 14-4006) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有バイオレットインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

20

例17

顔料レッド17 (Sun Chemical Corp. 製のSunbright (登録商標) MR17) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有オレンジインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

例18

顔料レッド255 (Ciba Chemical Corp. 製のCromophthal (登録商標) Red BP) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有オレンジインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

30

例19

顔料レッド264 (Ciba Chemical Corp. 製のIrgazin (登録商標) DPP Rubine) を使用した以外は例1と同様に、顔料含有オレンジインクジェットインクを調製し、次いで試験した。

【0036】

【表1】

(8)

13

14

表 1

例	顔料	露光後の光学濃度低下%
1	ブラック 7	なし
2	レッド122	8
3	オレンジ 5	13
4	イエロー74	10
5	レッド188	6
6	オレンジ62	9
7	レッド112	4
8	レッド49: 2	16
9	ビス (フタロシアニルアルミノ) テトラフェニルジシロキサン	なし
10	グリーン 1	23
11	グリーン 2	27
12	グリーン36	なし
13	バイオレット19	5
14	バイオレット 3	2
15	バイオレット32	1
16	バイオレット23	6
17	レッド17	8
18	レッド255	なし
19	レッド264	4

【0037】前記結果は、本発明に用いた顔料は良好な耐光堅牢性を有することを示している。

#### 比較例 20

Hewlett-Parkard DeskJet (登録商標) 755CMインクジェットプリンターに使用するインクからなる従来のカラーインクジェットセットを、比較の目的のために評価した。このインクセットは顔料含有ブラック (顔料ブラック7) インク、及びシアン (Direct Blue 199/Acid Blue 9)、マゼンタ (Reactive Red 180/Acid Red 52) 及びイエロー (Basic Yellow 132)、色素ベースインクを含む。これらのインクを、Eastman Kodak Co. から販売されているインクジェット写真光沢紙にプリントした。これらのインクは、露光時間が単に1週間であったこと以外は例1と同様の条件下で露光した際、その光学濃度が以下の%の褪色を示した: ブラック: 2%、シアン: 15%、マゼンタ: 20%、イエロー: 39%。このインクセットの色範囲は、表2、例20に示す。

#### 比較例 21

ハロゲン化銀ベース画像形成方式の耐光堅牢性及び色範

囲を、比較の目的のために評価した。試験画像を、Ektacolor (登録商標) Edge II紙上にプリントし、耐光堅牢性及び色範囲を評価した。この方式により生じたシアン、マゼンタ及びイエロー色素は、比較例20と同様の条件下で露光した際、その光学濃度が以下の%の褪色を示した: シアン: 9%、マゼンタ: 12%、イエロー: 19%。このカラーセットの色範囲は、表2、例21に示す。

#### 色範囲

理論的色範囲は、以下の操作により算出した。結果は表2に示す。一般に範囲が広ければ広い程、所定のインクセットが再現できるカラーの可能性が大きくなる。

【0038】すべての濃度値は、MacBeth (登録商標) 2145分光光度計により測定した積算 (integral) スペクトル反射測定に基づく。10mmの公称開口部を有するキセノンパルス光源を使用した。反射測定は、10ナノメートルの間隔で380~750ナノメートルの波長範囲にわたって行った。使用した幾何学的配置は45/0であった。

【0039】範囲の算出は、各インクセット中のインクの各々のDmaxでの実際の光学濃度を用いて行った。特性ベクトル分析を用いて、これらのインクの各々につ

30

40

50



(9)

15

いての可視スペクトル(380~750nm)範囲にわたる特性吸収曲線を描いた。各インクについての特性ベクトルは、光学濃度対波長の二次元アレーである。この技法は、A. J. SantがPhotographic Science and Engineering 5(3)、5月-6月、1961、及びJ. L. SimondsによりJournal of the Optical Society of America, 53(8)、968~974(1963)に記載されている。この特性ベクトルを用いて、以下の表に列挙した各種のインクセットについての色範囲の算出に用いたインク色相及びそれらの組み合わせの関係を定義した。

【0040】本発明の目的のために、色範囲は、反射ブリントと一般に組み合わせられた従来のメトリック、すなわち、CIELABを用いて特定した。1931 CIE\*

表2

色範囲値

カラーセット	4色の色範囲値	5色の色範囲値	6色の色範囲値	7色の色範囲値
例1, 2, 4, 9(4色の対照)	73.110			
例1, 2, 4, 9, 3		82.199		
例1, 2, 4, 9, 5		82.086		
例1, 2, 4, 9, 6		81.768		
例1, 2, 4, 9, 7		79.625		
例1, 2, 4, 9, 8		79.218		
例1, 2, 4, 9, 10		79.295		
例1, 2, 4, 9, 11		78.158		
例1, 2, 4, 9, 12		78.176		
例1, 2, 4, 9, 13		76.638		
例1, 2, 4, 9, 14		76.588		
例1, 2, 4, 9, 15		76.191		
例1, 2, 4, 9, 16		75.490		
例1, 2, 4, 9, 3, 10			89.724	
例1, 2, 4, 9, 3, 12			87.368	
例1, 2, 4, 9, 5, 10			88.145	
例1, 2, 4, 9, 5, 12			87.475	
例1, 2, 4, 9, 3, 10, 14				91.896
例1, 2, 4, 9, 5, 10, 14				91.578

【0042】

16

\*E2標準オブザーバー・カラー・マッチング機能、並びにCIE規定イルミナントD5000を用いた。前記の情報及び特性ベクトルを用いて、Journal of Photographic Science 38、163(1990)に記載されている方法により各インクセットについての特定のL\*値での色範囲を算出した。この算出では光散乱は想定していないことに注意されたい。以下の表で言及する色範囲値は、9つの異なるL\*スライス(10、20、30、40、50、60、70、80及び90)でのa\*対b\*面積の合計を表す。各L\*スライスでの面積は、b\*軸に沿った台形ルール加算を用いて決定した。

【0041】

【表2】

【表3】

(10)

17

18

表2 (続き)

色範囲値

カラーセット	4色の 色範囲値	5色の 色範囲値	6色の 色範囲値	7色の 色範囲値
例1. 2, 4, 9, 6, 10, 14				91.610
例1. 2, 4, 9, 3, 10, 13				90.896
例1. 2, 4, 9, 5, 12, 14				90.895
例1. 2, 4, 9, 3, 12, 14				90.881
例1. 2, 4, 9, 17, 10, 14				88.661
例1. 2, 4, 9, 3, 12, 16				90.173
例1. 2, 4, 9, 18, 12, 14				87.149
例1. 2, 4, 9, 19, 12, 14				83.838
例1. 2, 4, 9, 17, 12, 13				86.573
比較例20 (HP 755CM)	45.792			
比較例21 (Ektacolor(登録 商標) Edge II)	56.105 (3色)			

【0043】前記結果は、本発明インクは、ピクトリアル画像形成に適した優れた色範囲を示すカラーインクセットを提供することを示している。

【0044】

【発明の効果】本発明のカラーインクジェットセット

は、ピクトリアル画像形成に適した色範囲及び優れた耐光堅牢性を有する。本発明のインクセットの可能な色範囲をさらに広げるために、顔料ブラック7を添加することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 バーバラ エル. グレイディー  
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14625,  
ロチェスター, ブルックヒル レーン 16  
イースト

(72)発明者 デビッド ジェイ. オールドフィールド  
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14626,  
ロチェスター, グイネベレ ドライブ  
230

(72)発明者 フランク アール. ブルックラー  
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14502,  
マケドン, ウッドランズ サークル 3409